

EDICT OF GOVERNMENT

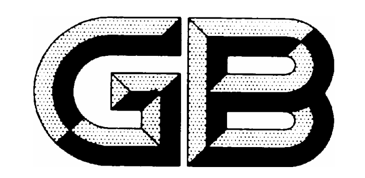
GB 28129 (2011) (Chinese): fluoroglycofen-ethyl technical material



BLANK PAGE



ICS 65.100.20.
G 25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

乙羧氟草醚原药

fluoroglycofen-ethyl technical material

（报批稿）

（本稿完成日期：2009 年 12 月 30 日）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人：于亮、李秀杰、吉瑞香、吉玉平。

乙羧氟草醚原药

该产品有效成分乙羧氟草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

通用名称：乙羧氟草醚

ISO 通用名称：fluoroglycofen-ethyl

CAS 登录号：77 501-90-7

化学名称：*O*-〔5-（2-氯-α，α，α-三氟-对-甲苯氧基〕-2-硝基苯甲酰基〕羟基乙酸乙酯

结构式：

实验式：$C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$

相对分子质量：447.8

生物活性：除草剂；

熔点： 65℃；

蒸气压：小于 133 Pa(25℃)

溶解度(25℃)：水中 0.6 mg/L；大多数有机溶剂大于 100 g/kg

稳定性：0.25 mg/L水溶液在22℃下的DT_{50}约231d（pH5）、15d（pH7）、0.15d（pH9）；其水悬浮液因紫外光而迅速分解；土壤中因微生物而迅速降解，DT_{50}约11h。

1 范围

本标准规定了乙羧氟草醚原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运及验收期。

本标准适用于由乙羧氟草醚和生产中产生的杂质组成的乙羧氟草醚原药。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601—2002 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法（GB/T 19138-2003,CIPAC MT27，MOD）

3 要求

3.1 外观

灰白色至土黄色颗粒或粉末状固体，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 技术指标

乙羧氟草醚原药应符合表1要求。

表1 乙羧氟草醚原药质量控制项目指标

项　　目		指　　标
乙羧氟草醚质量分数/%	≥	95.0
干燥减量质量分数/%	≤	0.5
酸度质量分数(以H_2SO_4计)/%	≤	0.5
丙酮不溶物质量分数/%	≤	0.3

4 试验方法

4.1 抽样

按GB/T 1605-2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于100 g。

4.2 鉴别试验

下列方法可任选其一。当用一种方法不能鉴别时，应再使用另一种方法加以确定。

红外光谱法——试样与标样在4000cm $^{-1}$～400cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。标样红外光谱图见图1。

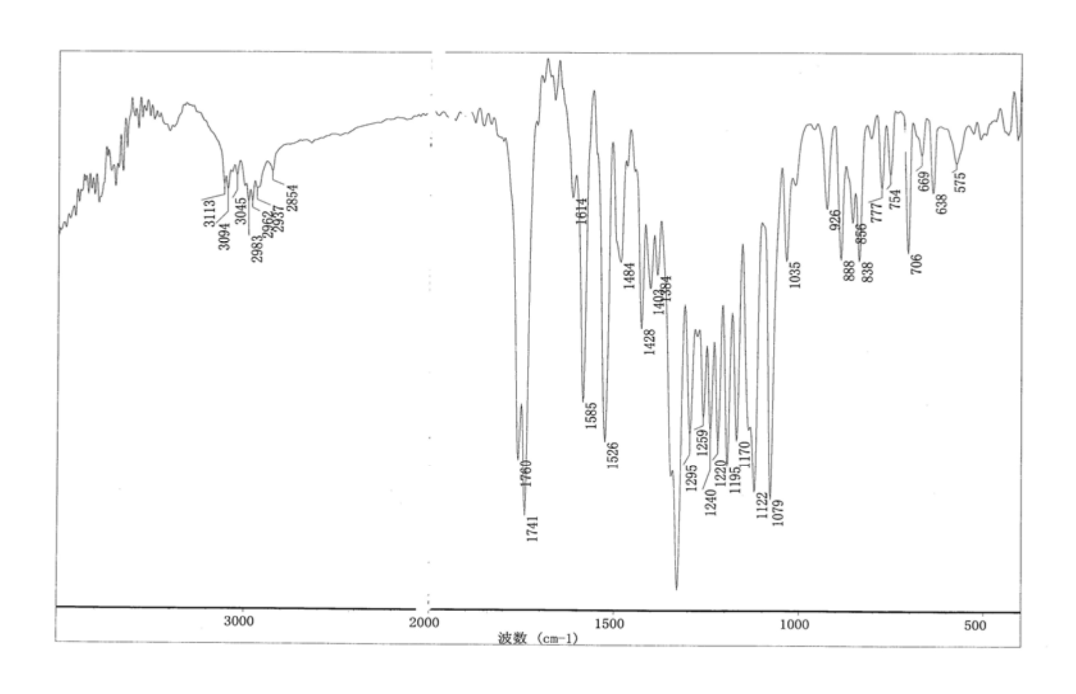


图1 乙羧氟草醚标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与乙羧氟草醚质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与乙羧氟草醚标样溶液中乙羧氟草醚色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3 乙羧氟草醚质量分数的测定

4.3.1 毛细管气相色谱法（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸双环己酯为内标物，使用HP-5涂壁的石英毛细管柱，和氢火焰离子化检测器，对试样中的乙羧氟草醚进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

乙羧氟草醚标样：已知质量分数，$\omega \geqslant 99.0\%$；

邻苯二甲酸双环己酯：不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取7.5 g的邻苯二甲酸双环己酯置于1 000 mL的容量瓶中，用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.1.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30 m×0.32 mm（i.d.）石英毛细柱，内壁涂HP-5，膜厚0.25μm；

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.1.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱室230，气化室260，检测室280；

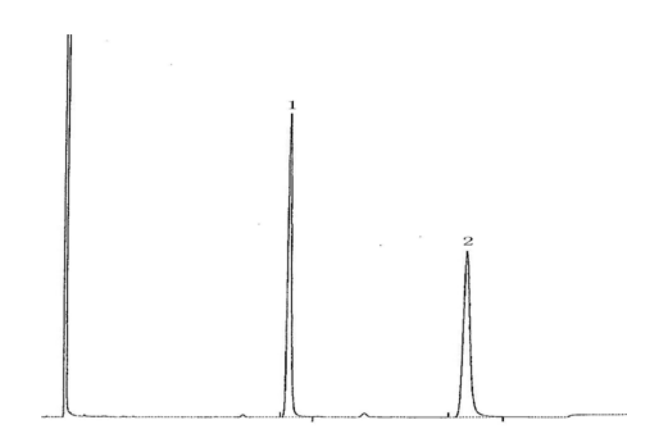
气体流量(mL/min)：载气（N_2）1.8，氢气30，空气300，补偿气25；

分流比：30∶1；

进样体积：1.0 μL；

保留时间：乙羧氟草醚约10.8 min，内标物约7.9 min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的乙羧氟草醚原药与内标物的气相色谱图见图2。



1—内标物。

2—乙羧氟草醚。

图2　乙羧氟草醚原药与内标物的气相色谱图

4.3.1.5　测定步骤

4.3.1.5.1　标样溶液的配制

称取乙羧氟草醚标样0.05 g(精确至0.000 2 g)，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.1.5.2　试样溶液的配制

称取含乙羧氟草醚0.05 g的试样 (精确至0.000 2 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用与4.3.1.5.1 中使用的同一支移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.1.5.3　测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙羧氟草醚与内标物的峰面积比的相对变化小于1.5%后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

4.3.1.5.4　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中乙羧氟草醚与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中乙羧氟草醚质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω_2 ——试样中乙羧氟草醚的质量分数，以%表示；

r_2——试样溶液中乙羧氟草醚与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中乙羧氟草醚的质量分数，以%表示。

r_1——标样溶液中乙羧氟草醚与内标物峰面积比的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

4.3.1.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 高效液相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以Nova-Pak C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器（230 nm），对试样中的乙羧氟草醚进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

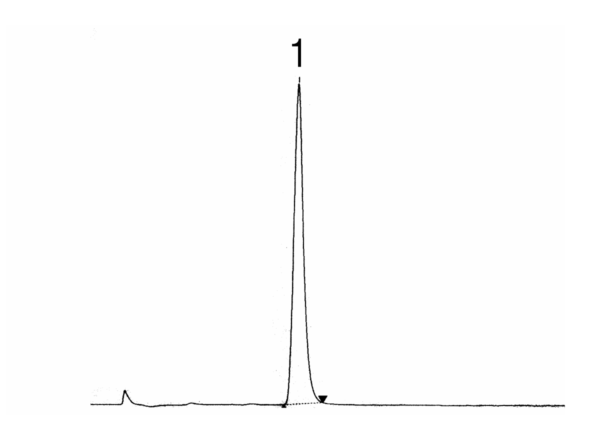
甲醇：色谱纯；
乙腈：色谱纯；
水：新蒸二次蒸馏水；
乙羧氟草醚标样：已知乙羧氟草醚质量分数，ω≥99.0%。

4.3.2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
色谱数据处理机或工作站；
色谱柱：150 mm×3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Nova-Pak C_{18} 5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；
过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；
微量进样器：50 μL；
定量进样管：5 μL；
超声波清洗器。

4.3.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ（CH_3OH：H_2O：CH_3COOH）=75：25：0.2；
流速：1.0 mL/ min；
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；
检测波长：230 nm；
进样体积：5 μL；
保留时间：乙羧氟草醚约7.0 min。
上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的乙羧氟草醚原药高效液相色谱图见图3。



1—乙羧氟草醚

图3 乙羧氟草醚原药的高效液相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g乙羧氟草醚标样（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取含乙羧氟草醚0.1 g的试样（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙羧氟草醚峰面积相对变化小于1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.2.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中乙羧氟草醚峰面积分别进行平均。试样中乙羧氟草醚的质量分数按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

ω_2 ——试样中乙羧氟草醚的质量分数，以 % 表示；

A_2——试样溶液中乙羧氟草醚峰面积的平均值；

m_1——乙羧氟草醚标样的质量，单位为克(g)；

ω ——乙羧氟草醚标样的质量分数，以 % 表示；

A_1——标样溶液中乙羧氟草醚峰面积的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.3.2.6 允许差

乙羧氟草醚质量分数两次平行测定结果之差，应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量质量分数的测定

4.4.1 测定步骤

用已恒重后的称量瓶称取5g试样（准确至0.01g），铺平，厚度不超过3mm，置于105℃±2℃的烘箱中干燥1h后放入干燥器中，冷却至室温，称重。

4.4.2 计算

样品干燥减量质量分数 ω_3(%)按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_0 - m_1}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中：

ω_3——样品的干燥减量质量分数，以%表示；

m_1——干燥后称量瓶与试样的质量，单位为克(g)；

m_0——称量瓶与试样的质量，单位为克(g)；

m——试样的质量，单位为克(g)。

4.5 酸度质量分数的测定

4.5.1 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液 c(NaOH) = 0.02 mol/L，按GB/T 601—2002中4.1配制和标定；

乙醇溶液：ψ(乙醇+水)=95+5

溴甲酚绿乙醇溶液：ρ=1g/L；

甲基红乙醇溶液：ρ=2g/L；

指示剂：ψ(溴甲酚绿溶液+甲基红溶液)=3+1。

4.5.2 测定步骤

称取试样1 g(精确至0.002 g)，置于150 mL锥形瓶中，加入50 mL乙醇溶液，振荡使试样溶解。加入5滴指示剂，用0.02 mol / L氢氧化钠标准滴定溶液滴定，滴定上述溶液由黄色至绿色为终点，同时做空白测定。

4.5.3 计算

试样的酸度质量分数，按式(4)计算：

$$\omega_4 = \frac{c(V_1 - V_0) \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中：

ω_4——试样的酸度质量分数，以%表示；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M ——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)，[$M(1/2H_2SO_4)$ = 49.04]。

m ——试样的质量，单位为克(g)；

4.6 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。产品的检验与验收应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

乙羧氟草醚原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定；乙羧氟草醚原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋、每桶净含量一般为50kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

乙羧氟草醚原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中；贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

本品对皮肤有中等刺激作用，对眼睛有强刺激作用。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后，应立即用肥皂和水洗净。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

乙羧氟草醚原药验收期为1个月。从交货之日起，在一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。
